





METHOD OF REFINING IRON OXIDE

Patent number: JP6183749
Publication date: 1994-07-05
Inventor: SUBENSON JIYONASU; ZANDAA BOO
Applicant: SHIDOBARANJIYAA AS
Classification:
- **international:** (IPC1-7): C01G49/02; C01G49/06
- **european:** C01G49/06
Application number: JP19910305956 19911121
Priority number(s): NO19900005062 19901122; US19920941407 19920908

Also published as:

 EP0487479 (A:
 US5312602 (A:
 EP0487479 (A:
 EP0487479 (B:

Report a data error he

Abstract not available for JP6183749

Abstract of corresponding document: **EP0487479**

A method is described for purifying iron oxide, for example, in the form of magnetite or hematite slime, which preferably contains quartz as the impurity. The method comprises calcinating the iron oxide together with alkali carbonate and thereafter leaching with a weak aqueous solution of an acid or a mixture of acids.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 6 - 1 8 3 7 4 9

(43) 公開日 平成 6 年 (1994) 7 月 5 日

(51) Int. Cl. ⁵

C01G 49/02

49/06

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z

A

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平 3 - 3 0 5 9 5 6

(22) 出願日 平成 3 年 (1991) 11 月 21 日

(31) 優先権主張番号 9 0 5 0 6 2

(32) 優先日 1990 年 11 月 22 日

(33) 優先権主張国 ノールウェー (NO)

(71) 出願人 5 9 1 2 5 9 9 8 6

アクシエセルスカプ・シドヴァランジャー
ノルウェー国. 9900・キルケネ (番地
なし)

(72) 発明者 スペンソン・ジョナス

スウェーデン国. エス-71700・スト
ラ. グリンドヴェゲン. 12

(72) 発明者 ザンダー・ボー

スウェーデン国. エス-71700・スト
ラ. トムタヴェゲン. 5

(74) 代理人 弁理士 八木田 茂 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 酸化鉄の精製方法

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 マグネタイト又はヘマタイトスライムの形のか
つ好ましくは不純物として石英を含有する酸化鉄の精製
方法を提供する。

【構成】 酸化鉄を特定量の炭酸 Na と共に 850-10
00℃ でか焼しついで酸又は酸混合物の穏和な水溶液で
浸出することからなる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸化鉄を 0.5 ～ 2.0 の $\text{Na}_2\text{O}/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ のモル比を得るのに十分な量の Na_2CO_3 と共に 850-1000℃ でか焼しついで酸又は酸混合物の穏和な水溶液を使用して室温で浸出することを特徴とする酸化鉄の精製方法。

【請求項 2】 か焼は酸化鉄と炭酸ナトリウムとの機械的混合物を使用して行う請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 か焼は酸化鉄と炭酸ナトリウムとから調製された顆粒又はペレットを使用して行う請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】 浸出は他の無機酸、例えば塩酸又は硫酸と混合されていてもよい弗化水素酸の水溶液を使用して行う請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】 本発明は酸化鉄、例えば、マグネタイトスライム (magnetite slime) 又はこれと同様の物質の形のかつ好ましくは不純物として石英を含有する酸化鉄の精製方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術及び解決すべき課題】 過去の半世紀の間に電子工業において行われた極めて多くの開発により新規な原料の必要性が急速に増大している。かかる原料の一つは硬質 (hard) 及び軟質 (soft) フェライトを製造するための、顔料の微細度 (pigment fineness) を有する純粋な酸化鉄 ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) である。

【 0 0 0 3 】 近年においては、酸化鉄に対する工業的な需要の大部分はピクリング浴 (pickling bath) から生ずる塩酸についての製鉄業者の再生系からえられるものによってまかなわれている。酸化物に対して要求される純度は高いが、このタイプの酸化物は原則的には硬質フェライト及びより単純な軟質フェライトについて必要な品質を得るのに十分な純度を有している。軟質フェライトについては、要求される純度はより高いが、上述した酸化物は多くの場合に使用し得る。特に重要な不純物は SiO_2 である。硬質フェライトについては、 SiO_2 の含有量は 0.3%、好ましくは 0.1% を越えないことが要求される。軟質フェライトについては、 SiO_2 の含有量は最も低い品質のものについては最大で 0.03% であり、より品質の良好なものについては 0.01% 以下であることが要求される。非常に高い品質のものについては、 SiO_2 の含有量が 0.007% 以下であることが要求される。 CaO 及び $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ についてもほぼ同様の低い含有量が種々の品質のフェライトについて要求される。従って、より良好な品質のフェライト及び最高の品質のフェライトにおいて要求される酸化鉄の品質を満足させるためには、ピクリング溶液を更に精製工程にかけることが必要である。しかしながら、製鉄業者はかかる精製操作を行うことにはほとんど興味をもっていない。本発明者は例えば

フェライト材料のサンドブラasting についてピクリング法を行わないことを検討した。現在、ピクリング溶液から十分に純粋な酸化物を得る方法は電子工業における需要を満たすのには不十分である。現在では、この方法は電子工業における需要の約 65% しか満たしていない。将来においては製鉄業者からピクリング法によって提供される酸化鉄の割合は次第に少なくなると考えられる。

【 0 0 0 4 】 現在、フェライト工業における酸化鉄の全消費量の内、約 10% は高度に富化された鉄鉱石精鉱 (iron ore concentrate) から得られている。将来はその割合は急速に増大すると考えられる。現在の富化法を使用して、ある種の鉱石を硬質フェライトについて要求される純度まで富化することが可能である。最も大きな困難性は、一般的には、 SiO_2 の含有量を十分に低い水準にすることである。富化法によっては軟質フェライトについて要求される純度を得ることは不可能であると思われる。

【 0 0 0 5 】 電子工業について重要なことは必要な量の酸化鉄を手ごろな価格で得るのに十分な方法を見出すことである。

【 0 0 0 6 】 一般的には、マグネタイト鉱石を高い純度まで富化することが最も容易である。しかしながら、電子工業においては原料がヘマタイト ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) 又はゲータイト ($\alpha\text{-FeOOH}$) の形の三価の鉄であることが要求される。従って、製品は BET 法に従って測定して 3 ～ 6 m^2/g の比表面積になるまで磨砕しなければならない。基材としてマグネタイト精鉱を使用した場合には、マグネタイトをヘマタイトに酸化することが必要であり、これはマグネタイト精鉱を例えば 850 ～ 1000℃ の回転炉内でか焼 (calcine) することにより好都合に行われる。マグネタイト鉱石を使用した場合においても軟質フェライトについて規定されている純度条件に到達することは不可能であると思われる。酸化鉄を更に精製するための方法の一つは浸出 (leaching) を行う方法である。

【 0 0 0 7 】 アルカリ溶液 (lye) (NaOH 溶液) 中で浸出することにより鉄鉱石精鉱中の SiO_2 含有量をかなりの程度まで減少させ得ることは文献から知られている (Bureau of Mines, Report of Investigation No. 7812 参照)

。この方法の不利益は高い浸出温度と強いアルカリ溶液を必要とするが、依然として軟質フェライトについて要求される低い SiO_2 含有量が得られないことである。

【 0 0 0 8 】 ノルウエー特許第 44446 号明細書には弗化水素酸と硝酸とを組合せて使用する他の浸出法が記載されている。浸出を行うのに大きな費用を要することの他に、この方法は不純物として石英を含有するマグネタイトスライムについては、軟質フェライトの製造において要求される純度を得ることができないと言う欠点を有する。

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、酸化鉄

3

を0.5 ~ 2.0 の $\text{Na}_2\text{O}/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ のモル比を得るのに十分な量の Na_2CO_3 と共に850-1000℃でか焼し(calcine) ついで酸又は酸混合物の穏和な水溶液(weak aqueous solution) を使用して室温で浸出することを特徴とする、酸化鉄、例えば、マグネタイトスライム(magnetite slime)又はこれと同様の物質の形のかつ好ましくは不純物として石英を含有する酸化鉄の精製方法が提供される。

【0010】精鉱の微細度に応じて、か焼(calcination) は精鉱とアルカリ金属炭酸塩との機械的混合物又はこの混合物から形成された顆粒又はペレットを使用して行い得る。

【0011】

【実施例】以下においては本発明を実施例により説明する。

【0012】実施例

石英含有マグネタイト鉱石をベブルミル中で2段階で磨砕することにより得られたマグネタイトスライムを原料として使用した。かく得られた製品を網目の大きさが0.2mm のふるいを通してふるいわけしついでふるいを通した部分を3段階で磁氣的に分離した。ついでマグネタイト精鉱をハイドロサイクロン中で脱スラッジ(de-sludge) した。

【0013】流出物を最初、スパイラル上で濃縮し(concentrate)ついで濃縮物を再度磨砕し、ハイドロサイクロン中で脱スラッジし、その後、アミン浮遊(amine flotation) についで再度、磁氣的に分離した。これらの操作の目的は純粋なマグネタイト顆粒から石英及び他の珪酸塩を含有する粗製粒子を可能なかぎり分離することにある。かく得られた製品はBET 法で測定して約0.1m²/gの比表面積を有しておりかつ次の分析値を有していた：

Fe ₂ O ₃	72.00%
SiO ₂	0.20%
MnO	0.12%
Al ₂ O ₃	0.04%
TiO ₂	0.02%
CaO	0.05%
MgO	0.03%
Na ₂ O	0.001%
K ₂ O	0.001%

上記の分析値から明らかなごとく、SiO₂ 及びCaO 含有量は軟質フェライトの製造に使用するのには余りにも高いものである。

【0014】このマグネタイト精鉱をBET 法に従って測定して約3m²/gの比表面積まで磨砕し、精鉱の重量に基づいて0.5%のソーダ(炭酸ナトリウム) と混合しついで900℃で2時間加熱した。ついでか焼生成物を8g/lの弗

4

化水素酸(HF)と20g/l の塩酸からなる穏和な(weak)酸水溶液で浸出した。酸水溶液の量はか焼生成物の重量の4倍であった。浸出は攪拌下、室温で行い、2時間続した。ついで浸出生成物を沈降させ、浸出液を傾瀉した。沈降生成物を濾過し、洗浄して、Cl⁻ イオン及びF⁻ イオンの含有量を可能な限り低下させた。

【0015】浸出後、洗浄し、濾過した生成物は次の分析値を有していた：

SiO ₂	0.0090%
Na ₂ O	0.0075%
CaO	0.0100%

上記したごとく、生成物は高品質軟質フェライト製造用の原料についての要件を満足させる。

【0016】他の実験結果からソーダの適当な添加量は、 $\text{Na}_2\text{O}/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ のモル比が約1 又はこれより僅かに高いものであることが認められた。0.5 以下のモル比も許容され得るが、原則的には、上記のモル比が低ければ低いほど、より不良な結果が得られる。2 までの高いモル比も許容され得るが、この場合には、浸出生成物中の Na_2O 含有量を許容される水準まで減少させることがより困難であることがしばしば認められた。上記のモル比が2 を越える場合には、通常、SiO₂ 含有量も高くなる。0.5 より低いモル比においては、SiO₂ 含有量も高くなる。

【0017】一つには、ソーダが溶融し従ってSiO₂ と容易に反応し得るようにするために、また一つには、マグネタイトのヘマタイトへの酸化が比較的速やかにかつ完全に行われるようにするために、か焼は850 ~ 1000℃の温度で行うべきである。

【0018】浸出は弗化水素酸だけを使用して行い得るが、この場合には、20g/l のHFを含有する溶液が必要であり、このことは溶液を著しく高価なものにせしめる。しかしながら、このような場合においても硫酸ではなしに弗化水素酸を使用するのは、製品中のCaO の含有量と関係するものである；その理由はCaO は硫酸と反応して石膏を生成するが、石膏は容易に浸出させることができないからである。

【0019】酸の必要量は酸化鉄中の不純物を溶出させるのに必要な量の10倍の量で十分である。

【0020】このことは酸は酸化鉄も溶解しそして酸混合物の大部分がこの目的に使用されることに関係がある。例えば、本発明者の実験においては1.8%の酸化鉄が浸出された。従って、酸の必要量は各々の場合について実験的に決定することが必要であると考えられる。

【0021】後にヘマタイトスライムについて行った実験から、上記したごとき方法を使用することにより、同等のあるいは若干良好な精製が達成されることが認められた。

40

THIS PAGE BLANK (US?TC)